

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



(2,000円)

特許圖

昭和49年11月27日

特許長官 廉

4発明の名称

3-イソオキサゾリル尿素類の製造法
 2発明者
 オオツカシヒガシミヨンクユザトヨウ
 大阪府大阪市東住吉区船里町2の126
 スミモトシンザブロウ
 広木信三郎 (ほか3名)

3特許出願人 郵便番号 541
 大阪府大阪市東住吉区道修町3丁目12番地
 (192) 堀野機器株式会社
 代表者 吉利一雄

4代理人 郵便番号 553
 大阪市福島区舞洲上2丁目42番地

堀野機器株式会社特許部(電話06-458-3861)
 井越士(6703) 岩崎光蔵

上記付書類の目録

①明細書

②委任状

③図面副本



⑯日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 51-63170

④公開日 昭51.(1976)6.1

②特願昭 49-136722

②出願日 昭49.(1974)11.27

審査請求 未請求 (全8頁)

府内整理番号 651649

6762 44

6762 44

6422 49

⑤日本分類

16 E342

16 E34

30 F372.21

30 F932

⑥Int.CI²

C07D261/06

C07D261/20A

ADIN 9/22

解して。

①3-イソオキサゾリルアミン(Ⅰ)とイソシアヌ酸またはそのエスチル(Ⅲ)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(Ⅳ)(R'=水素)を生成させること:

②イソシアヌ酸3-イソオキサゾリルエステル(Ⅴ)とアミン(Ⅵ)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(Ⅳ)(R'=水素)を生成させること:

③3-イソオキサゾリルアミン(Ⅰ)とカルバミド酸の反応性誘導体(Ⅶ)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(Ⅳ)を生成させること:

④3-イソオキサゾリルカルバミド酸の反応性誘導体(Ⅷ)とアミン(Ⅸ)を反応させて3-イソオキサゾリル尿素(Ⅳ)を生成させること:

⑤3-イソオキサゾリル尿素(Ⅳ)(X=水素)をハロゲン化して対応する3-ハロゲノイソオキサゾリル(Ⅹ)(X=ハロゲン)を生成させること: または

⑥R', R²およびR³のうち少なくとも1個が水素で

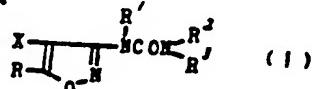
明細書

4発明の名称

3-イソオキサゾリル尿素類の製造法

2特許請求の範囲

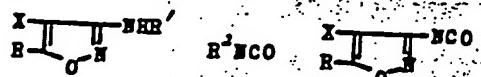
一般式



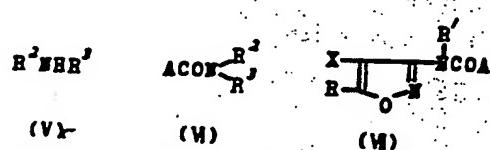
(式中、Rは水素、アルキル基またはアリール基、R'は水素またはアルキル基、R²およびR³は水素、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アリール基、アルコキシ基またはアルキチオ基を表わし、R²とR³は直接または他のヘテロ原子を含んで間接的に連結して含環基團を形成してもよく、Xは水素、アルキル基またはハロゲンを表わし、RとXは連結してアルキレン基を形成してもよく、また上記アルキル基、アラルキル基およびアリール基はハロゲン、アルキル基、ニトロ基およびヒドロキシ基から選ばれた以上の中の置換基を有してもよい。)

示される3-イソオキサゾリル尿素類の製造に

ある3-イソオキサゾリル尿素(1)をアルキル化またはアルキルチオ化してR'、R²およびR³のうち少くとも1個が新たに導入されたアルキル基またはアルキルチオ基である3-イソオキサゾリル尿素(1)を生成させることを特徴とする3-イソオキサゾリル尿素類の製造法。



(I) (II) (III)



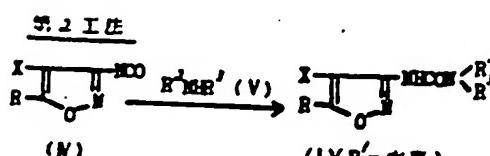
[式中、Aは反応性残基を表わし、R、R'、R²、R³およびXは前記と同意味を有する。]

本発明の詳細な説明

本発明は一般式

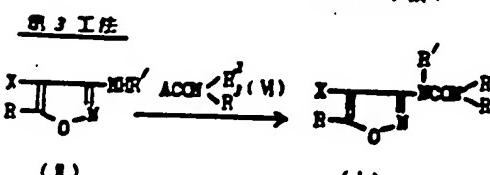


(I)



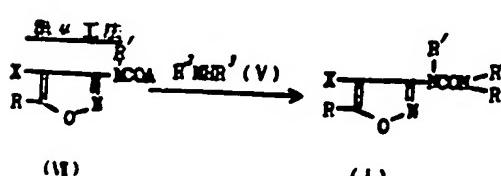
(V)

(I) (X=R'=水素)



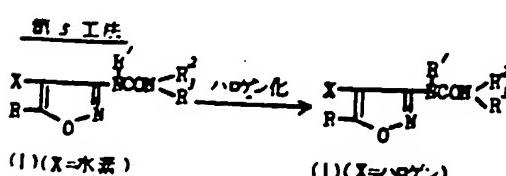
(VI)

(I)



(V)

(I)



(VII)

(I) (X=水素)

特開昭51-63170(2)

[式中、Bは水素、アルキル基またはアリール基、R'は水素またはアルキル基、R²およびR³は水素、

アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アラ

ルキル基、アリール基、アルコキシ基またはアル

キルチオ基を表わし、R²とR³は直接または他のヘ

テロ原子を含んで間接的に連結して含窒素環を形

成してもよく、Xは水素、アルキル基またはハロ

ゲンを表わし、BとXは連結してアルキレン基を

形成してもよく、また上記アルキル基、アラルキ

ル基およびアリール基はハロゲン、アルキル基、

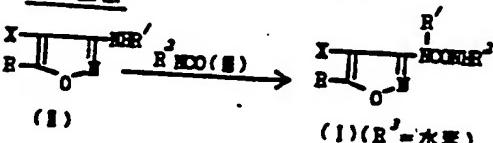
ニトロ基およびヒドロキシ基から選ばれた以上の

の置換基を有してもよい。]

示される3-イソオキサゾリル尿素類の製造法に関する。

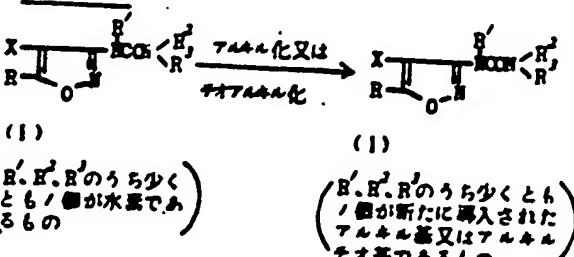
この3-イソオキサゾリル尿素類(1)の製造法は次式によつて示される：

第1工法



(I) (R'=水素)

第2工法



(II)

(II)

(R', R², R³のうち少くとも1個が水素であるもの)

(R', R², R³のうち少くとも1個が新たに導入されたアルキル基又はアルキルチオ基であるもの)

[式中、Aは反応性残基(例えばハロゲン、エヌチル残基)を表わし、R、R'、R²、R³およびXは前記と同意味を有する。]

上記定義の用語についてさらに説明を補足すれば、アルキル基としてはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、セーブチル、ベンチル、ヘキシル、シクロプロピル、シクロブチル、シクロヘンチル、シクロヘキシルなど、アルケニル基としてはビニル、アリル、プロペニル、ブチニル、ブタジエニル、シクロヘキセニルなど、アルキニル基としてはエチニル、ソロペニル、ブチニルなど、アラルキル基としてはベンジル、フェニチルなど、アリール基としてはフ

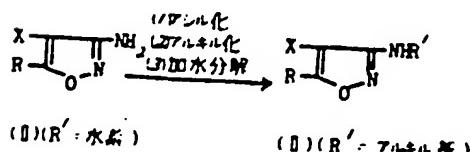
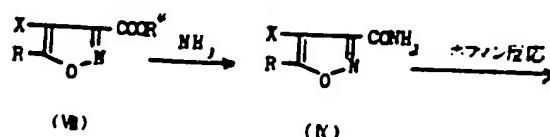
エニル、ナフチルなど、アルコキシ基としてはメトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシなど。アルキルチオ基としてはメチルチオ、エチルチオ、プロピルチオ、ブチルチオ、ベンチルチオなど。ハロゲンとしては塩素、フッ素、臭素、ヨウ素など。アルキレン基としてはテトラメチレン、ベンタメチレンなどがそれぞれ例示される。

本発明方法の第1および2工法はイソシアニ酸もしくはイソシアニ酸エステルとアミンとの反応であつて、常法によつて室温下または冷却下もしくは加熱下に適当な不活性溶媒(例えば、ベンゼン、トルエン、ジオキサン、ジグリム、ジメチルホルムアミド)中実施すればよい。反応を円滑に行うために塩基性触媒(例えば、ピリジン、トリエチルアミン)を添加してもよい。

第3および4工法はカルバミド酸の反応性基團体(例えば、ハロゲニド、エステル)とアミンとの反応であつて、塩基性触媒(例えば、ビリジン、トリエチルアミン)の存在下不活性溶媒を使用しもしくは使用せずに加熱下に実験すればよい。溶

ヒドリ酸元説の紹介せなどが挙げられる。またアルキルチオ化に際しては、例えば、ハロゲン化アルキルスルフェニルを使用する方法が採用される。これらの反応はそれぞれの常圧によって、温度、器具などの反応条件を適宜選択して実験すればよい。

本発明方法で原料物質として使用されるアミン(Ⅱ)は次式に示されるように対応するカルボン酸エステル(Ⅲ)から得られる。



「此處のものは甚く衣れし。元よりジヌは前記上
國盤古石柱等。」

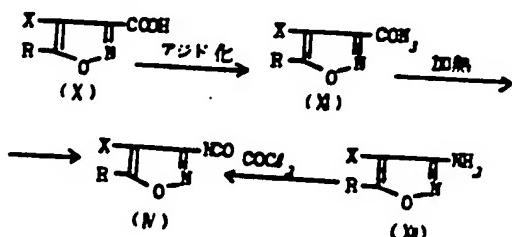
他の原料でも、乙イソニアント酸チヌテル（N,N-二

特開昭51-63170(3)
媒としては、ジメチルホルムアミド、クロロホルム、テトラヒドロフラン、ベンゼンなどが例示されるが、ピリジンなどの塩基性触媒を溶媒として用いてもよい。

第5工法はイソオキサゾール核の4位のハロゲン化であつて、このハロゲン化はクロル化、臭素化、ヨウ素化などを含む。これらの反応はそれぞれの常法によって、ハロゲン化剤、触媒、溶媒、温度条件などを適宜選択して実施すればよい。

第6工法は活性アミノ基のアルキル化またはアルキルチオ化であつて、 R' 、 R^2 および R^3 のうち少なくとも1つが水素である尿素(1)を原料物質として使用し、その水素をアルキル基またはアルキルチオ基に置換されればよい。アルキル化に際しては、通常のアルキル化剤が一般に使用できる。例えば、メチル化について述べると、臭化メチル、ヨウ化メチルなどのハロゲン化メチル、ジメチル硫酸、ジアゾメタン、メタニスルホン酸メチル、トルエンスルホン酸メチルのような有機酸メチル、ホルムアルデヒドとギ酸の配合物、ホルムアセテ

次式に示されるように対応するカルボン酸(X)またはアミン(amine)から導かれる:



式中、RおよびXは前記と同意義を有する。)からして得られる3-イソオキサゾリル誘導体(II)は新規化合物であって、除草剤または殺菌剤として有用である。

以下に本発明方法の実験例を舉げて

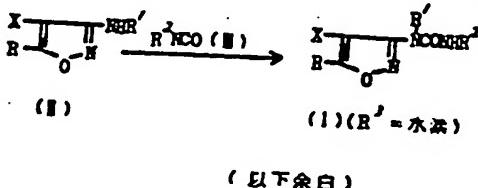
天朝亂世

3-アミノ-3-メープチルイソオキサゾール
168.29 g 無水ベンゼン/40 mL に溶解し、これにかきませながらイソシアニ酸メチルエステル 81.0 g を加え、トリエチルアンモニウムヨウ化物を室温下に約8時間かきませ、一夜放置し、さらに1時間加熱還流させる。冰冷後、反応液

り析出した結晶を沪取し、酢酸エチルより再結晶すると融点/ δ 7.0 ~ 152.5°C の無色針状品として 1-メチル-3-(5-t-ブチル-3-イソオキサゾリル)尿素 2.6 g を得る。

実験例 2 ~ 65

下記の原料物質(II)を使用し、実験例1と同様に反応を行い、対応する目的物質(I)(R' = 水素)を得る：



実験例	I			IR mp. bp 又は IR	目的物質(I)
	R	X	R'		
2	H	H	H	Me	1655-1660
3	Me	H	H	Me	2140-2150
4	Et	H	H	Me	1575-1590
5	Pr	H	H	Me	1580-1580
6	i-Pr	H	H	Me	1120-1130
7	c-Pr	H	H	Me	1570-1580
8	Ph	H	H	Me	1955-1960
9	-(CH ₂) ₆ -	H	H	Me	1930-1940
10	Me	H	H	Et	1330-1345
11	i-Pr	H	H	Et	1225-1235
12	t-Bu	H	H	Et	1720-1805
13	Me	H	H	Pr	730-967
14	i-Pr	H	H	Pr	823-895
15	t-Bu	H	H	Pr	1340-1350
16	Me	H	H	i-Pr	1180-1190
17	i-Pr	H	H	i-Pr	1150-1160
18	t-Bu	H	H	i-Pr	1340-1350
19	Me	H	H	Bu	895-905
20	i-Pr	H	H	Bu	710-720
21	t-Bu	H	H	Bu	695-715
22	Me	H	H	A8	1100-1110
23	i-Pr	H	H	A8	815-825

24	t-Bu	H	H	A8	1300-1310	45	Et	H	Me	Me	740-750
25	Me	H	H	c-He	1640-1650	46	Pr	H	Me	Me	430-460
26	i-Pr	H	H	c-He	161.5-1625	50	i-Pr	H	Me	Me	77.5-78.5
27	t-Bu	H	H	c-He	193.5-1950	51	c-Pr	H	Me	Me	67.0-68.0
28	H	H	H	Ph	187.0-1885	52	t-Bu	H	Me	Me	1300-1310
29	Me	H	H	Ph	1880-1890	53	Ph	H	Me	Me	1320-1330
30	Et	H	H	Ph	157.0-158.5	54	-(CH ₂) ₆ -	H	Me	Me	82.5-83.5
31	Pr	H	H	Ph	1600-1610	55	t-Bu	H	Me	Me	128.5-129.5
32	i-Pr	H	H	Ph	1780-1790	56	t-Bu	Cs	Me	Me	135.0-136.0
33	t-Bu	H	H	Ph	198.5-199.5	57	Me	H	Et	Me	37.0-38.0
34	c-Pr	H	H	Ph	158.5-1600	58	t-Bu	H	Me	Bu	169.0-170.7
35	Ph	H	H	Ph	310.5-311.5(d)	59	t-Bu	H	H	Me	142.5-143.5
36	-(CH ₂) ₆ -	H	H	Ph	187.0-1880	60	t-Bu	H	Me	Me	123.125°C/0.66mmHg
37	Me	H	H	m-Tol	169.5-1700	61	t-Bu	H	Me	Me	139-141°C/0.69mmHg
38	i-Pr	H	H	m-Tol	164.5-1660	62	t-Bu	H	Me	A8	126-127°C/0.55mmHg
39	t-Bu	H	H	m-Tol	188.5-190.0(d)	63	t-Bu	H	Et	Me	106.5-107.5
40	Me	H	H	D-Cs-Ph	203.5-207.0(d)	64	t-Bu	H	Me	Et	168.3-169.3
41	i-Pr	H	H	D-Cs-Ph	174.0-1750	65	t-Bu	Br	H	Me	160.5-1610
42	t-Bu	H	H	D-Cs-Ph	188.5-190.0(d)						
43	Me	H	H	D-Br-Ph	201.5-203.0(d)						
44	i-Pr	H	H	D-Br-Ph	174.0-177.0(d)						
45	t-Bu	H	H	D-Br-Ph	192.5(d)						
46	H	H	He	Me	630-640						
47	Me	H	Mo	Me	77.0-78.0						

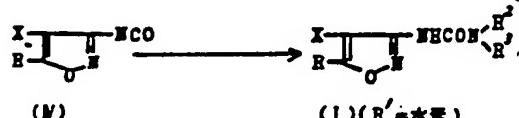
(注) 上記表中の略号は下記の意味を有する： H(水素)、 Me(メチル基)、 Et(エチル基)、 Pr(プロピル基)、 Bu(ブチル基)、 Ph(フェニル基)、 A8(アリル基)、 He(ヘテル基)、 Tol(トルル基)、 c-(シクロ-)、 i-(イソ-)、 t-(タ-シナリイ-)、 m-(メト-)、 D-(ダラ-)、 d(分離点)、 mp(融点)、 bp(沸点)、 IR(赤外線吸収スペクトル)。

特開昭51-63170(5)

实例例 6.4

実施例 47-135

下記の原料物質 (N) を使用し、実験例 6 と同様に反応を行い、対応する目的物質 (1) (R' = 水素) を得る：



実験例 No.	R		目的物質(I) ($R' = \text{水素}$)		
	R	X	R''	R'''	$\eta_{sp.}^{\text{D}} \text{ bp } \text{Kil}\text{IR}$
67	t-Bu	H	Me	Me	119.5-120.5
68	Me	H	H	H	201-203(4)
69	t-Bu	H	H	H	179.5-180.5
70	Me	H	Me	Me	150.5-151.5
71	t-Bu	H	Me	As	900-91.0
72	t-Bu	H	Me	Met	106.0-107.0
73	Me	H	$-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$		1700-171.0
			$-\text{CH}_2\text{CH}_2-$		
74	i-Pr	H	Me	Me	69.0-70.0
75	i-Bu	H	Me	Me	90.5-91.0
76	i-Pr	H	Me	Bu	147.0, 161.6
				$\text{cm}^{-1} (\text{CCl}_4)$	
77	i-Bu	H	Me	Bu	167.8, 168.6, 20
				$\text{cm}^{-1} (\text{CCl}_4)$	
78	t-Bu	H	Me	Et	82.5-82.5
79	t-Bu	H	Et	Et	122.0-123.5
80	t-Bu	H	Pr	Pr	75.0-80.5
81	t-Bu	H	i-Pr	i-Pr	200-205(4)
82	t-Bu	H	Et	Bu	167.7, 161.2
				$\text{cm}^{-1} (\text{CCl}_4)$	
83	t-Bu	H	Me	c-He	149.5-150.5
84	t-Bu	H	Me	Ph	122.5-123.0
85	t-Bu	H	Me	Bz	107.0-108.0
86	t-Bu	H	As	As	167.6, 161.0
				$\text{cm}^{-1} (\text{CCl}_4)$	
87	t-Bu	H	Bu	Bu	167.8, 168.6, 61.1
				$\text{cm}^{-1} (\text{CCl}_4)$	
88	t-Bu	H	i-Bu	i-Bu	112.0-113.0

137	H	H	Me	Me	1135-1145
138	t-Bu	H	Met	H	1470-1480

(注)表中の略号は下記の意義を有する: Met(メトキシ基), Bz(ベンジル基)、s-(セカンダリィー)。その他は前記と同義を有する。

文庫例 / 37

ノジメチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素10.7gを乾燥したジメチルホルムアミド10mlに溶解し、室温下にかきまぜつつ30g水素化ナトリウム2.75gを加え、60°Cで15分間加熱する。10°Cに冷却し、ヨウ化メチル2.86gを乾燥したジメチルホルムアミド30mlに溶かした溶液を加え、1時間で滴下し、80°Cで5分間加熱し、溶液を留去する。残液に水150mlを加え、クロロホルムで抽出する。クロロホルム層を無水芒硝で乾燥し、溶液を留去し、粗液をシリカゲルによるカラムクロマトグラフィーに付し、融点70~71.0°Cの結晶として1.3-トリメチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素10.26gを得る。

150 t-Bu H Bu Me Et 130-135°C/0.5-1/0.2mm
 151 Me H Bu Et Me 140-145°C/0.5-1/0.2mm

（注） 動物は自己と死體を区する

文獻卷

1-(3-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素を用い、実験例139と同様に反応を行い、融点72.0~78.0°Cの結晶として4-(3-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素2.6相当および融点146.0~147.0°Cの結晶として1-(3-メチル-1-(3-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素2.5相当をそれぞれ収率として得た。

實驗例 / 33

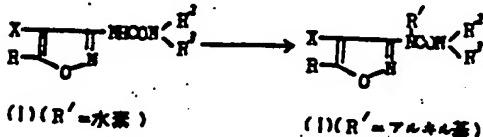
（3-7-ブチル-3-イソオキサゾリル）
嵌合を用い、実験例 39 と同様に反応を行い
融点 900~940°C の結晶として 1,1,3-トリ
（ブチル-2-イソ-2-ブチル-2-）-1-オキサ
ゾリル）嵌合 36/6 別当。融点 1300~
1310°C の結晶として 1,3-ジメチル-3-(
2-エトキシ-2-メチル-1-プロピル)ブチル

特圖昭51-63170(6)

· 取本 9 三 8 4 ·

实施例 / 40-131

下記の原料物質(1)(R'=水素)を使用し、実験例1-3タと同様に反応を行い、対応する目的物質(1)(R'=アルキル基)を得る:



実験例 No.	(1)(R'=水素)				目的物質(1)X R'=TFAE(水素)	
	R	X	R'	R''	R'	mp. bp 王水は IR
140	Me	H	Me	Me	Me	103-107°C(TGA) 0.4mmHg
141	Et	H	Me	Me	Me	113.0-114.0°C/0.5mmHg
142	Pr	H	Me	Me	Me	113.0-116.0°C/0.6mmHg
143	1-Pr	H	Me	Me	Me	106.0-107.0°C/0.3mmHg
144	1-Bu	H	Me	Me	Me	123.0-134.0°C/0.5mmHg
145	c-Pr	H	Me	Me	Me	130.0-131.0°C/0.5mmHg
146	Pb	H	Me	Me	Me	148.0-142.0°C ⁻¹ (CCl ₄)
147	(CH ₂) ₆	-	Me	Me	Me	137-137°C/0.5mmHg
148	H	H	Me	Me	Me	91-92°C/0.3mmHg
149	t-Bu	H	Bu	Me	Me	130-135°C(TGA) 0.2mmHg

7.2 “も相当および融点 / 340 ~ 1310 °C の
結晶として / - ナカル - / (S - t - フナル -
3 - イソオキサツリル) は融点 467 °C に相当をそ
れぞれ収率として得る。

實驗例 13

1-ノナル-3-(3-セーブナル-3-イソオキサツリル)尿素を使用し、実験例139と同様に反応を行い、融点130~131.0°Cの結晶として1,3-ジノナル-3-(3-セーブナル-3-イソオキサツリル)尿素ノムク相当および融点90.0~91.0°Cの結晶として1,1,3-トリノナル-3-(3-セーブナル-3-イソオキサツリル)尿素339相当をそれぞれ収率として得る。

実施例 / 33

1-メチル-3-(3-メチル-3-イソオキサゾリル)尿素0.310gを餌水エタノール1ml
およびアトリウム0.048gからなるナトリウム
エトキシドに加え、室温下15分間かき混ぜたの
ち、エタノールを餌圧留去する。餌瓶に餌を以て

ゼンコムを加え、硫酸ジメチル0.27タを滴下し、室温下2時間かきませたのち、さらに1時間40分間還流する。冷後、不溶物を沪去し、ベンゼン溶液を飽和炭酸水素ナトリウム水溶液および水で順次洗浄し、無水芒硝にて乾燥し、溶媒を留去する。残液をカラムクロマトグラフィーにより精製し、 β -ジメチル-3-(5-メチ-3-イソオキサゾリル)尿素0.197gを得る。収率52%。

実験例156

3-アミノ-5-メチルイソオキサゾール-4-0.6gにビリジン3タと塩化ジメチルカルバモイルム1.8タを加え、60°Cにてより時間かきませる。ビリジンを減圧留去し、残液に水15mlと5mlを溶解を加えて固なし。クロロホルムで抽出する。クロロホルムよりクロロホルムを留去し、残液に1.5mlメタノール性水酸化ナトリウム液2.5mlを加え、室温に2日間放置し、溶媒を留去する。残液に水100mlを加え、塩酸解性としたのち、クロロホルムで再び抽出し、クロロホルムを水洗し、芒硝で乾燥し、溶媒を留去する。残液をシリカゲルを使用してカラムクロマトグラフィーにて精製し、融点150.5~151.5°Cの結晶として β -ジメチル-3-(5-メチ-3-イソオキサゾリル)尿素0.4735gを得る。収率56%。

特開昭51-63170の
ム液を水洗し、芒硝で乾燥し、溶媒を留去する。
残液をシリカゲルを使用してカラムクロマトグラ
フィーにて精製し、融点150.5~151.5
°Cの結晶として β -ジメチル-3-(5-メチ
ル-3-イソオキサゾリル)尿素0.4735gを得る。収率56%。

実験例157

3-メチルアミノ-5-セーブチルイソオキサ
ゾールを使用し、実験例156と同様に反応を行
い、融点90.0~94.0°Cの結晶として β -ジ
メチル-3-(5-セーブチル-3-イソ
オキサゾリル)尿素を得る。

実験例158

1-メチル-3-(5-セーブチル-3-イソ
オキサゾリル)尿素1.97gをビリジン3.0mlに
溶解し、-30~-40°Cに冷却下塩化ブチルス
ルフェニル1.35gを加える。混合物を-30~-
40°Cで6時間、さらに室温下一夜放置する。
反応液を常法により処理し、油状物として1-メ
チル-1-ブチルチオ-3-(5-セーブチル-
3-イソオキサゾリル)尿素0.31gを得る。

3-イソオキサゾリル)尿素0.31gを得る。

IR:1698, 1604cm⁻¹(CCl₄)。

実験例159

1-メチル-3-(5-メチル-3-イソオキ
サゾリル)尿素を使用し、実験例158と同様に
反応を行い、油状物として1-メチル-1-ブチ
ルチオ-3-(5-メチル-3-イソオキサゾリ
ル)尿素を得る。IR:1693, 1618cm⁻¹(CCl₄)。

実験例160

1-メチル-3-(5-セーブチル-3-
イソオキサゾリル)尿素2.18gと無水鉄粉+ト
リウム0.93gを冰酢酸1.0mlに溶解した溶液に
臭素1.63gを加える。これを50°Cにて3.5時
間攪拌し、冰水100mlを注加し、塩化メチレン
にて抽出する。有機層を炭酸水素ナトリウムの
飽和水溶液と水で順次洗浄し、減圧濃縮して溶媒を
留去する。残液をシリカゲルを使用してカラムク
ロマトグラムにて精製し、 β -ジメチル-3-(5-メ
チル-3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

1-メチル-3-(4-ブロモ-3-セーブチ
ル-3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

実験例161

1-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)
カルバミド酸メチルエスチル3.37gにジメチル
アミン2.0mlを加え、封管中100°Cにて24時
間加熱する。反応液よりジメチルアミンを留去し、
残液をシリカゲルのカラムクロマトグラフィーに
て精製し、 β -ジメチル-3-(5-セーブチ
ル-3-イソオキサゾリル)尿素2.33gを得る。
収率70.6%。

実験例162

1-(3-メチル-3-イソオキサゾリル)カ
ルバミド酸メチルエスチルを使用し、実験例161
と同様に反応を行い、 β -ジメチル-3-(5-
メチル-3-イソオキサゾリル)尿素を得る。
収率69.5%。

実験例163

3-メチルアミノ-5-セーブチルイソオキ
サゾール1.540gとトルエン-ヘキサン(1:1)を用

△前記以外の発明者

クサン クサン
滋賀県草津市草津2の4の4ノ

ユナガ ヒサジウ

行水 勝二郎

トヨノウケヒガノセレラオオアゲヨンカワ

大阪府豊能郡東能勢村大字吉川15の542

イシヅカ イチウ

石冢 一郎

イケダハヂナ

大阪府池田市畠町619の6

スミタジフオ

杉田 実男

下塩化水素ガスを30分間導入し、1時間そのままかきませたのち、減圧留去して過剰の塩化水素ガスを除く。トルエン30gを追加し、50~70℃にて3時間ホスゲンガスを導入する。混合液を室温下に一夜放置し、浴温40~45℃にてトルエンを留去する。残液にピリジン20gとクロモテルアミン1gを加え、50℃にて1時間かきませる。反応液よりピリジンを減圧留去し、残液に水20gを加え、塩酸性としたのち、クロロホルムにて抽出する。クロロホルム層を減圧濃縮し、残液をシリカゲルのカラムクロマトグラフィーに付して融点700~740℃の結晶として443-トライメチル-3-(5-セーブチル-3-イソオキサゾリル)尿素を得る。

特許出願人 塩野義製薬株式会社

代理人 弁理士 岩崎 光隆